

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.*** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] The hollow particle constituent which carried out humidity with the liquefied organic compound which does not dissolve a hollow particle.

[Claim 2] The constituent according to claim 1 whose boiling point of a liquefied organic compound is 80 degrees C or more.

[Claim 3] The constituent according to claim 1 whose liquefied organic compound is a plasticizer.

[Claim 4] The manufacturing method of the hollow particle which distributes the thermal-expansion nature minute ball which connoted the volatile liquefied foaming agent in the liquefied organic compound which has the boiling point higher than the expansion temperature of a minute ball, obtains a slurry, and heats this slurry to the temperature beyond expansion temperature.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.*** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

Field of the Invention This invention relates to a hollow particle constituent.

Prior art The foaming approach of the thermal-expansion nature minute ball which connoted the volatile liquefied foaming agent to the thermoplastics outer shell has much patents, such as U.S. Pat. No. 3611583, and patent application is carried out.

However, when hollow particles weld at a foaming process and it produces floc by the conventional approach, and a coating, a sealing agent, plastics, rubber, etc. blend this and desiccation is not only difficult, but it uses it, it is difficult to distribute homogeneity.

Moreover, although the approach of grinding a desiccation particle using grinders, such as a Henschel mixer and a hammer mill, is also proposed, it is not easy to grind a condensation foaming particle, the magnitude of the grinding particle obtained also has large dispersion, in addition, empty capsid structure breaks and it has the inclination for the property as an empty capsid to be spoiled.

Although there is a method of spraying a thermal-expansion nature minute ball into heating air at

JP,59-53290,B, and performing expansion and desiccation of a minute ball to coincidence, since the large-sized equipment for collecting the hollow minute balls which expanded from air is needed, there is a problem in industrial practicality.

JP,62-201231,A expands an expansibility minute ball in an aqueous slurry, and is indicating the approach of passing the gap of a grinding stone for this foam slurry liquid, and distributing floc. When using this approach as an aqueous slurry, in order to blend this with plastics, a coating, rubber, a sealant, etc., when desiccation is needed, the welding in a desiccation process poses a problem too at any rate.

Object of the Invention This invention aims at offering a hollow particle constituent without condensation, and its process.

The means for solving a technical problem This invention relates to the hollow particle constituent which carried out humidity with the liquefied organic compound which does not dissolve a hollow particle, and its process.

In order to obtain the hollow particle of this invention, the thermal-expansion nature minute ball which connoted the volatile liquefied foaming agent to the thermoplastics outer shell is heated in the liquefied organic compound which does not dissolve this.

The publication to JP,42-26524,B etc. of the thermal-expansion nature minute ball itself may be well-known. as for the volatile liquefied foaming agent by which endocyst is carried out to a thermal-expansion nature minute ball, an about -15-100-degree C foaming agent, for example, the hydrocarbon of carbon numbers 4-8, for example, butane, a propane, i-butane, n pentane, i-pentane, neo-pentane; halogenated hydrocarbon, for example, trichlorofluoromethane, the petroleum ether, a hexane, a heptane, etc. are illustrated more preferably -50-150 degrees C of boiling points.

The monomer which has ethylene system saturation association as thermoplastics which forms the outer shell of a thermal-expansion nature minute ball, For example, a vinylidene chloride, acrylonitrile, a methacrylonitrile, acrylic ester, Although independent or copolymers, such as MEKUTARIRU acid ester, a maleate, vinyl acetate, a vinyl chloride, an acrylic acid, a MEKUTARIRU acid, an itaconic acid, a maleic acid, an acrylic-acid amide, a MEKUTARIRU acid amide, styrene, vinyltoluene, and vinylpyridine, are illustrated A vinylidene chloride, acrylonitrile, a methacrylonitrile, acrylic ester, MEKUTARIRU acid ester, vinyl acetate, etc. are desirable as what has the expansibility which was excellent in the liquefied organic compound. They are 50:50 to 80:20 copolymer of a vinylidene chloride and acrylonitrile, 50:50 to 90:10 copolymer of acrylonitrile and a methyl methacrylate, etc. especially preferably.

These copolymers use together the polymerization nature monomer which has two or more unsaturated bonds still more preferably especially a radical polymerization nature monomer, for example, a divinylbenzene, a butadiene, ethylene glycol dimethacrylate, triacrylformal, trimethylolpropane triacrylate, etc. with the monomer which has the above-mentioned ethylene system unsaturated bond. the monomer 100 weight section in which the monomer which has two or more unsaturated bonds has an ethylene system unsaturated bond — receiving — desirable — 0.05 — 5 weight section — more — desirable — **** for 0.1 — 2 weight sections. The volatile foaming agent by which the resistance over the liquefied organic compound of the thermal-expansion nature minute ball obtained by using the monomer which has two or more unsaturated bonds could improve, and the humid particle of the sensibility been smooth could be obtained, and the solubility by the liquefied organic compound was controlled, and endocyst was carried out しみ出

Thermal expansion can be effectively attained without **. Moreover, a humid hollow particle does not swell or dissolve during preservation.

Although what is necessary is just to select suitably the organic liquefied compound used for this invention according to the property of the target hollow particle, the purpose of use, etc., it should have the following properties fundamentally. That is, it is having the boiling point higher than the boiling point of (1) volatility liquefied foaming agent, and not dissolving or swelling the thermoplastics which forms the outer shell of (2) thermal-expansion nature minute ball. Since

the requirements of (2) raised the solvent resistance by using together a part of monomer which has two or more unsaturated bonds as thermoplastics, its degree of freedom of selection improved remarkably. In order to satisfy the requirements of (1), 80 degrees C or more of boiling points of the liquefied organic compound for avoiding the volatilization under preservation are 100–250 degrees C more preferably.

A liquefied organic compound the hollow particle constituent obtained, for example Plastics, The plasticizer blended with them when using for an elastomer, a sealant, a coating, etc., For example, dibutyl phthalate, G soak chill phthalate, dioctyl adipate, Tricresyl phosphate, triethyl SHITORETO, octyl alcohol, etc.; when obtaining a lightweight foaming molding object and adhesives molding — body-and-its-function and resin monomer for adhesives, for example, dicyclopentadiene, and styrene; — in addition to this according to the purpose, various things, such as a nonionic surface active agent, alkylene glycol, a polyalkylene glycol, a glycerol, silicon oil, a liquid paraffin, and fats and oils, are illustrated. These liquefied organic compounds may be mixed and used.

the amount of the liquefied organic compound used to a thermal-expansion nature particle — the former 100 weight section — receiving — desirable — the latter 100 – the 20,000 weight sections — it is the 500 – 10,000 weight section more preferably. That what is necessary is just to choose by the magnitude of a hollow particle, the class, wettability, the purpose of use, etc., after this amount obtains a hollow particle using the liquefied organic compound of an excessive amount, it may be deliquored using a centrifugal separator, a suction deliquoring machine, etc. Moreover, a hollow particle is obtained in a plasticizer, and you may use as it is, without deliquoring, in blending this hollow particle and plasticizer with plastics as it is.

As an approach of obtaining this invention hollow particle constituent, by the well-known approach, it manufactured or a commercial thermal-expansion nature minute ball is distributed in a predetermined liquefied organic compound. Although all may be used, a part of ***** for excessive amounts is made to distribute a thermal-expansion nature minute ball. this distribution — facing — a liquefied organic compound — ***** — It mixes with some remaining liquefied organic compounds which heated these dispersion liquid beyond expansion temperature. It is good to raise the temperature of mixed dispersion liquid to predetermined expansion temperature, to add the remaining liquefied organic compounds, to make temperature of a system below into expansion temperature, when a thermal-expansion nature minute ball expands for a request scale factor, and to deliquor a superfluous liquefied organic compound subsequently. Such an approach is desirable at energy efficiency, temperature control, and especially the point called homogeneity of the quality (especially particle size) of a product, when manufacturing a lot of hollow particle constituents continuously.

Fig. 1 shows the example of a manufacturing method using a desirable manufacturing installation and desirable it especially. The liquefied organic compound of sufficient amount to slur a thermal-expansion nature minute ball and this to a slurry tank (1) is prepared, and an agitator (2) is made to distribute. A minute ball does not sediment in a liquefied organic compound, but, as for churning, sufficient distribution should just be maintained. The temperature of a system should just be temperature which is extent in which ordinary temperature or a minute ball does not carry out thermal expansion. Dispersion liquid are sent to a foaming machine (5) by the predetermined flow rate, adjusting a flow rate with a flowmeter (4) through a pump (3).

After heating a liquefied organic compound from a tank (6) to a heat exchanger (7) independently at temperature quite higher than delivery and temperature required to expand a thermal-expansion nature particle there, it sends to the specified quantity and a foaming machine (5). The interior of a foaming machine (5) should just be mixed by homogeneity promptly [dispersion liquid and the liquefied organic compound with which it was heated].

Fig. 2 is the example, carries out mixed heating of thermal-expansion nature particle dispersion liquid (14) and the heated liquefied organic compound (15) at an in-line heater (16), and leads it to the foaming section (17), it mixes with the liquefied organic compound for cooling (19) with ejector mechanism (18), and an outlet is cooled.

(20) shows a temperature connection among drawing and (21) shows the outlet of foam dispersion liquid. It is mixed inside a foaming opportunity and fizz minute ball dispersion liquid and

a heating liquefied organic compound are maintained by it at predetermined expansion temperature. Two or more steps of heating liquefied organic substance may be used as occasion demands, and may rise or drop temperature uniformly or gradually. Installation of two or more steps of heating liquefied organic substance is useful also in order to adjust the fluidity of the dispersion liquid by the thermal expansion of a minute ball. The slurry containing the obtained hollow particle applies the slurry which adds the latter organic compound of cooling in a discharge part (9), and is cooled below to swelling temperature, for example, 80–30 degrees C, to a filter (10), extracts a hollow particle, and collects superfluous liquefied organic compounds on a tank (11). A cooling reuse is applied and carried out to a heat exchange machine (12), it does not cool, but the reuse of this liquefied organic compound is collected and carried out to a tank (1) or (6).

this invention hollow particle constituent can be used in order to blend with plastics or an elastomer, and to obtain lightweight plastics and a lightweight elastomer, or to blend with a coating or ink and to adjust paintwork, and a paint film appearance and a printing property. Or it may blend with a sealing agent, putty, adhesives, etc., and restoration nature, elasticity, shock resistance, etc. may be adjusted. Or a base fabric front face can be pasted and it can also use for a cushion agent, an imitation leather, etc.

When using this invention hollow particle constituent for plastics or an elastomer, the polymerization of the monomers may be carried out to the bottom of existence of a hollow particle as a liquefied organic compound using the monomers it is incomparable to a plastics raw material.

Hereafter, an example is given and this invention is explained.

example 1 thermal-expansion nature — minute — the dioctyl phthalate (DOP) dispersion liquid containing ball Matsumoto micro fair-F-50 (Matsumoto Yushi-Seiyaku [, Inc.] make outer-shell resin acrylonitrile-methyl methacrylate: particle size of 10–20 micrometers) 15 % of the weight were adjusted.

It came, whenever these dispersion liquid were shown in Fig. 1 , and it processed with equipment, and the hollow particle constituent was obtained. Dispersion liquid were sent into foaming tubing (diameter die length of 600mm of 36mm, product made from SUS304TP) (5) from slurry installation tubing (13) by the rate of flow of 4**/min, heated about 150 degree C of DOP(s) in a tank (6) by the heat exchanger (7) further, supplied this to the induction (14) of a heat exchanger (5) by the flow rate for 12**/, and mixed it with said slurry. The temperature in foaming tubing at this time was set as 120 degrees C. After introducing DOP of ordinary temperature into the foam slurry liquid which flows out of a foaming tubing discharge part (9) by part for 25**/and cooling slurry liquid at 60 degrees C or less, it deliquored with the suction dehydrator (10) and the humid hollow particle with a particle size [containing 86% of DOP] of 50–100 micrometers was obtained. This was the easy wet powder of the handling which does not have generating of dust, either and does not have floc.

Example 2 Except having replaced with DOP and having used the isopropyl myristate (IPM) using the thermal-expansion nature minute ball Matsumoto microsphere – F-30 (the Matsumoto Yushi-Seiyaku, Inc. make, an outer shell resin vinylidene-chloride-acrylonitrile copolymer, particle size of 10–20 micrometers), it was operated like the example 1 and the wet powder with a particle size of 50–100 micrometers which contains IPM 83% was obtained.

Example 3 Except replacing with the foaming machine of the equipment of an example 1, and making the content of the thermal-expansion nature minute ball in DOP into 1.5 % of the weight, using a general multitubuler heat exchanger as a foaming machine, heating, expansion, and cooling were performed like the example 1, and the hollow particle with a % of the weight [of DOP contents] of 85 and a particle size of 40–80 micrometers which carried out humidity was obtained.

Example 4 The DOP slurry containing 14% of thermal-expansion nature minute ball Matsumoto microsphere – F-30 was applied to the steel band belt at the thickness of about 2mm. This steel band belt was moved to the 150 degrees C heating zone (3m) and the 10-degree C cooling zone (2m) the rate for 1m/. The humid hollow particle with a particle size [containing 89% of DOP] of 40–90 micrometers was obtained continuously, without deliquoring.

Effect of the invention This invention offers the hollow particle constituent which was excellent in the workability and dispersibility which are not parenchyma top ***** in the condensation hollow particle.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

The schematic diagram of equipment for Fig. 1 to manufacture a hollow particle; the 2nd drawing 2 Fig. is a schematic diagram showing the structure of a foaming machine.

[Translation done.]

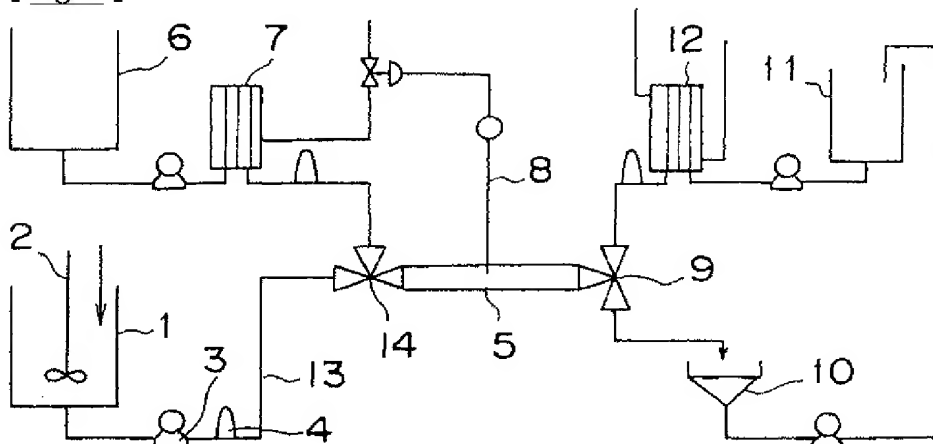
* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

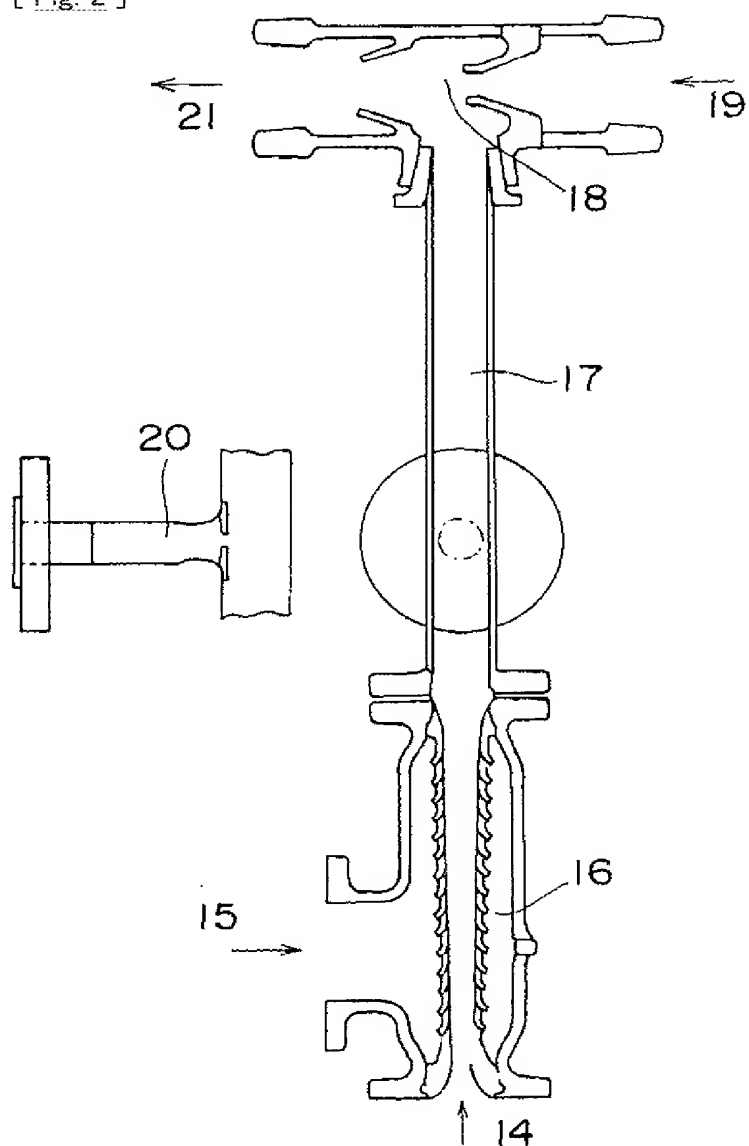
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2927933号

(45) 発行日 平成11年(1999) 7 月28日

(24) 登録日 平成11年(1999) 5 月14日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 8 J 9/22
3/12

C 0 8 J 9/22
3/12

Z

請求項の数 4 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平2-305006

(22) 出願日 平成2年(1990)11月9日

(65) 公開番号 特開平4-178442

(43) 公開日 平成4年(1992)6月25日

審査請求日 平成9年(1997)4月4日

(73) 特許権者 999999999

松本油脂製菓株式会社

大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号

(72) 発明者 田中 耕嗣

大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号 松

本油脂製菓株式会社内

(72) 発明者 北野 健一

大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号 松

本油脂製菓株式会社内

(72) 発明者 木田 末男

大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号 松

本油脂製菓株式会社内

(74) 代理人 弁理士 青山 葆 (外1名)

審査官 野村 康秀

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 中空微粒子組成物

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 中空微粒子を溶解しない液状有機化合物で湿潤した中空微粒子組成物。

【請求項2】 液状有機化合物の沸点が80℃以上である請求項1記載の組成物。

【請求項3】 液状有機化合物が可塑剤である請求項1記載の組成物。

【請求項4】 揮発性液状発泡剤を内包した熱膨張性微小球を微小球の膨張温度より高い沸点を有する液状有機化合物中に分散してスラリーを得、このスラリーを膨張温度以上の温度に加熱する中空微粒子の製造法。

【発明の詳細な説明】

産業上の利用分野

本発明は中空微粒子組成物に関する。

従来の技術

2

揮発性液状発泡剤を熱可塑性樹脂外殻に内包した熱膨張性微小球の発泡方法には米国特許第3611583号など数多くの特許があり、また特許出願がされている。

しかしながら、従来の方法では発泡工程で中空微粒子どうしが融着して凝集粒子を生じ、乾燥が困難なのみならずこれを塗料、シーリング剤、プラスチック、ゴム等の配合して用いるとき均一に分散させるのが困難である。

また乾燥粒子をヘンシェルミキサーやハンマーミルの粉碎機を用いて粉碎する方法も提案されているが、凝集発泡微粒子を粉碎するのは容易でなく、得られる粉碎粒子の大きさもばらつきが大きく、加えて中空粒子構造が破壊して、中空粒子としての特性が損なわれる傾向がある。

特公昭59-53290号公報には熱膨張性微小球を加熱空

気中に噴霧して微小球の膨張と乾燥を同時に行なう方法があるが、膨張した中空微小球を空気から回収するための大形の装置を必要とするため工業的実用性において問題がある。

特開昭62-201231号公報は膨張性微小球を水性スラリー中で膨張させ、この発泡体スラリー液を砥石の間隙を通過させて凝集粒子を分散させる方法を開示している。この方法は、水性スラリーとして用いる場合はともかく、これをプラスチック、塗料、ゴム、シーラント等に配合するため乾燥を必要とするときはやはり乾燥工程での融着が問題となる。

発明が解決しようとする課題

本発明は凝集のない中空微粒子組成物とその製法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

本発明は中空微粒子を溶解しない液状有機化合物で湿潤した中空微粒子組成物およびその製法に関する。

本発明の中空微粒子を得るためには揮発性液状発泡剤を熱可塑性樹脂外殻に内包した熱膨張性微小球をこれを溶解しない液状有機化合物中で加熱する。

熱膨張性微小球自体は、例えば特公昭42-26524号公報等に記載の公知のものであってよい。熱膨張性微小球に内包される揮発性液状発泡剤は沸点-50~150°C、より好ましくは-15~100°C程度の発泡剤、例えば炭素数4~8の炭化水素、例えばブタン、プロパン、i-ブタン、n-ペンタン、i-ペンタン、neo-ペンタン；ハロゲン化炭化水素、例えばトリクロロフルオロメタン、石油エーテル、ヘキサン、ヘプタン等が例示される。

熱膨張性微小球の外殻を形成する熱可塑性樹脂としてはエチレン系飽和結合を有する単量体、例えば塩化ビニリデン、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリル酸エステル、メタリル酸エステル、マレイン酸エステル、酢酸ビニル、塩化ビニル、アクリル酸、メタリル酸、イタコン酸、マレイン酸、アクリル酸アミド、メタリル酸アミド、スチレン、ビニルトルエン、ビニルピリジン等の単独または共重合体が例示されるが、液状有機化合物中で優れた膨張性を有するものとして塩化ビニリデン、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリル酸エステル、メタリル酸エステル、酢酸ビニル等が好ましい。特に好ましくは塩化ビニリデンとアクリロニトリルの50:50~80:20共重合体、アクリロニトリルとメタクリル酸メチルの50:50~90:10共重合体等である。

これらの共重合体は更に好ましくは2ヶ以上の不飽和結合を有する重合性単量体、特にラジカル重合性単量体、例えばジビニルベンゼン、ブタジエン、エチレンジリコールジメタクリレート、トリアクリルホルマール、トリメチロールプロパントリアクリレート等を上記エチレン系不飽和結合を有する単量体と併用する。2ヶ以上の不飽和結合を有する単量体はエチレン系不飽和結合を

有する単量体100重量部に対し好ましくは、0.05~5重量部、より好ましくは0.1~2重量部用いる。2以上の不飽和結合を有する単量体を用いることにより、得られた熱膨張性微小球の液状有機化合物に対する耐性が向上し、さらさらとした感じの湿潤微粒子を得ることができ、また液状有機化合物による溶解性が抑制され、内包された揮発性発泡剤の

し み 出

10 がなく熱膨張を効果的に達成することができる。また湿潤中空微粒子が保存中膨潤または溶解することがない。

本発明に用いられる有機液状化合物は対象とする中空微粒子の性質、使用目的等に応じて適当に選定すればよいが基本的には以下の性質を有しているべきである。即ち(1)揮発性液状発泡剤の沸点より高い沸点を有すること、(2)熱膨張性微小球の外殻を形成する熱可塑性樹脂を溶解または膨潤しないことである。(2)の要件は熱可塑性樹脂として2ヶ以上の不飽和結合を有する単量体を一部併用することにより、その耐溶剤性を向上させることができるため、選択の自由度が著しく向上した。(1)の要件を満たすためおよび保存中の揮発を避けるための液状有機化合物の沸点は好ましくは80°C以上、より好ましくは100~250°Cである。

液状有機化合物は、例えば得られた中空微粒子組成物をプラスチック、エラストマー、シーラント、塗料等に用いるときはそれらに配合される可塑剤、例えばジブチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジオクチルアジベート、トリクレジルホスフェート、トリエチルシトレート、オクチルアルコール等；軽量発泡成型体や接着剤を得るときには、成型体用や接着剤用樹脂モノマー、例えばジシクロペンタジエン、スチレン；その他目的に応じて、非イオン界面活性剤、アルキレングリコール、ポリアルキレングリコール、グリセリン、シリコン油、流動パラフィン、油脂類等、様々なものが例示される。これらの液状有機化合物は混合して用いてもよい。

熱膨張性微粒子に対する液状有機化合物の使用量は前者100重量部に対し、好ましくは後者100~20,000重量部、より好ましくは、500~10,000重量部である。この量は中空微粒子の大きさ、種類、湿潤度、使用目的等によって選択すればよく、過剰量の液状有機化合物を用いて、中空微粒子を得た後、遠心分離機や吸引脱液機等を用いて脱液してもよい。また中空微粒子を可塑剤中で得、この中空微粒子と可塑剤とをそのままプラスチックに配合する場合には脱液することなくそのまま用いてもよい。

本発明中空微粒子組成物を得る方法としては、公知の方法で製造した、あるいは市販の熱膨張性微小球を所定の液状有機化合物中に分散させる。この分散に際し液状有機化合物を所定量全て用いてもよいが、過剰量用いて

その一部に熱膨張性微小球を分散させ、この分散液を膨張温度以上に加熱した残りの液状有機化合物の一部と混合し、混合分散液の温度を所定の膨張温度に上昇させ、所望倍率に熱膨張性微小球が膨張したとき残りの液状有機化合物を加えて系の温度を膨張温度以下にし、次いで過剰の液状有機化合物を脱液するとよい。この様な方法は多量の中空微粒子組成物を連続的に製造する上で、エネルギー効率、温度調節、製品の品質（特に粒径）の均一性と云った点で特に好ましい。

特に好ましい製造装置とそれを用いた製造法の具体例を第1図で示す。スラリータンク（1）に熱膨張性微小球とこれをスラリー化するに十分な量の液状有機化合物を仕込み、攪拌機（2）で分散させる。攪拌は、微小球が液状有機化合物中で沈降せず十分な分散が維持されればよい。系の温度は常温あるいは微小球が熱膨張しない程度の温度であればよい。分散液はポンプ（3）を介し流量計（4）で流量を調節しながら所定流量で発泡機（5）に送られる。

別に液状有機化合物をタンク（6）から熱交換器（7）に送り、そこで熱膨張性微粒子を膨張させるに必要な温度より、かなり高い温度に加熱した上で所定量、発泡機（5）に送る。発泡機（5）の内部は分散液と加熱された液状有機化合物が速やかにかつ均一に混合されるものであればよい。

第2図はその例で、熱膨張性微粒子分散液（14）と加熱された液状有機化合物（15）をインラインヒーター（16）で混合加熱し、発泡部（17）に導き、出口はエジェクター（18）により冷却用液状有機化合物（19）と混合し、冷却されるようにしたものである。

図中、（20）は温度計座、（21）は発泡体分散液の出口を示す。発泡性微小球分散液と加熱液状有機化合物とが発泡機内部で混合されそれによって所定の膨張温度に維持される。加熱液状有機物は必要により複数段用い、温度を一定にあるいは徐々に上昇または下降させてもよい。複数段での加熱液状有機物の導入は微小球の熱膨張による分散液の流動性を調節するためにも有用である。得られた中空微粒子を含むスラリーは、吐出部（9）において冷却液状有機化合物を加えて膨潤温度以下例えば80～30℃に冷却する、スラリーを濾過機（10）にかけ、中空微粒子を採取し、過剰の液状有機化合物をタンク（11）に回収する。この液状有機化合物は、熱交換機（12）にかけて冷却再使用するか、冷却せずタンク（1）または（6）に回収して再使用する。

本発明中空微粒子組成物は、プラスチックやエラストマーに配合して軽量プラスチックや軽量エラストマーを得、あるいは塗料やインクに配合して塗装性や塗膜外観、印刷特性を調節するために用いることができる。あるいは、シーリング剤、パテ、接着剤等に配合して、充填性、弾性、耐衝撃性等を調節してもよい。あるいは、基布表面に接着してクッション剤、模造皮等に利用する

こともできる。

本発明中空微粒子組成物をプラスチックやエラストマーに用いるときは液状有機化合物として、プラスチック原料となるモノマー類を用いて、中空微粒子の存在下にモノマー類を重合してもよい。

以下、実施例をあげて本発明を説明する。

実施例1

熱膨張性微小球マツモトマイクロフエアーF-50（松本油脂製薬株式会社製、外殻樹脂アクリロニトリルメチルメタクリレート：粒径10～20μm）15重量%を含有するジオクチルフタレート（DOP）分散液を調整した。

この分散液を第1図に示すとき装置で処理し中空微粒子組成物を得た。分散液は4ℓ/minの流速でスラリー導入管（13）から発泡管（直径36mm長さ600mm, SUS304TP製）（5）に送り込み、さらにタンク（6）中のDOPを熱交換器（7）で約150℃加熱し、これを12ℓ/分の流量で熱交換器（5）の導入部（14）に供給し、前記スラリーと混合した。このときの発泡管内の温度は、120℃に設定した。発泡管吐出部（9）から流出する発泡体スラリー液に、常温のDOPを25ℓ/分で導入し、スラリー液を60℃以下に冷却した後、吸引脱水機（10）により脱液して、86%のDOPを含む粒径50～100μmの湿潤中空微粒子を得た。これは粉じんの発生もなく、凝集粒子のない取り扱いの容易な湿粉であった。

実施例2

熱膨張性微小球マツモトマイクロフエアーF-30（松本油脂製薬株式会社製、外殻樹脂塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、粒径10～20μm）を用い、DOPに代えてイソプロピルミリスレート（IPM）を用いた以外は、実施例1と同様に操作し、83%IPMを含む粒径50～100μmの湿粉を得た。

実施例3

実施例1の装置の発泡機に代えて一般的な多管式熱交換器を発泡機として用い、DOP中の熱膨張性微小球の含量を1.5重量%とする以外、実施例1と同様にして加熱、膨張および冷却を行ない、DOP含量85重量%、粒径40～80μmの湿潤した中空微粒子を得た。

実施例4

14%の熱膨張性微小球マツモトマイクロフエアーF-30を含むDOPスラリーをスチールベルトに約2mmの厚さに塗布した。このスチールベルトを150℃の加熱ゾーン（3m）と10℃の冷却ゾーン（2m）に1m/分の速度で動かした。脱液することなく、89%のDOPを含む粒径40～90μmの湿潤中空微粒子を連続的に得た。

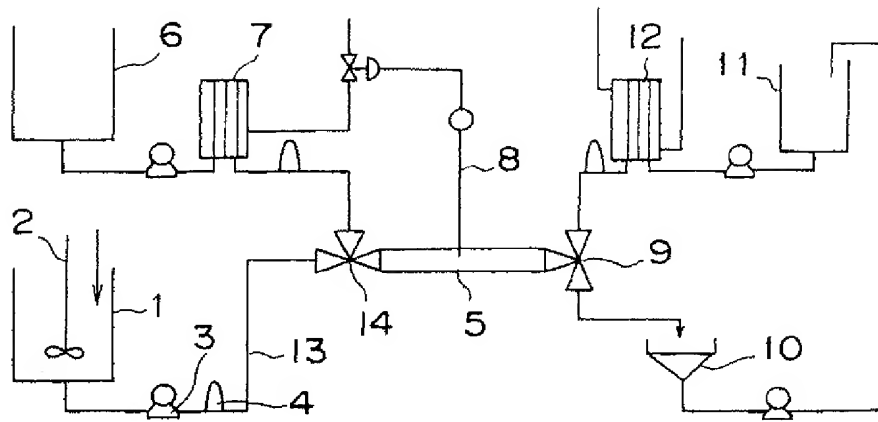
発明の効果

本発明は凝集中空微粒子を実質上殆んど含まない作業性および分散性に優れた中空微粒子組成物を提供する。

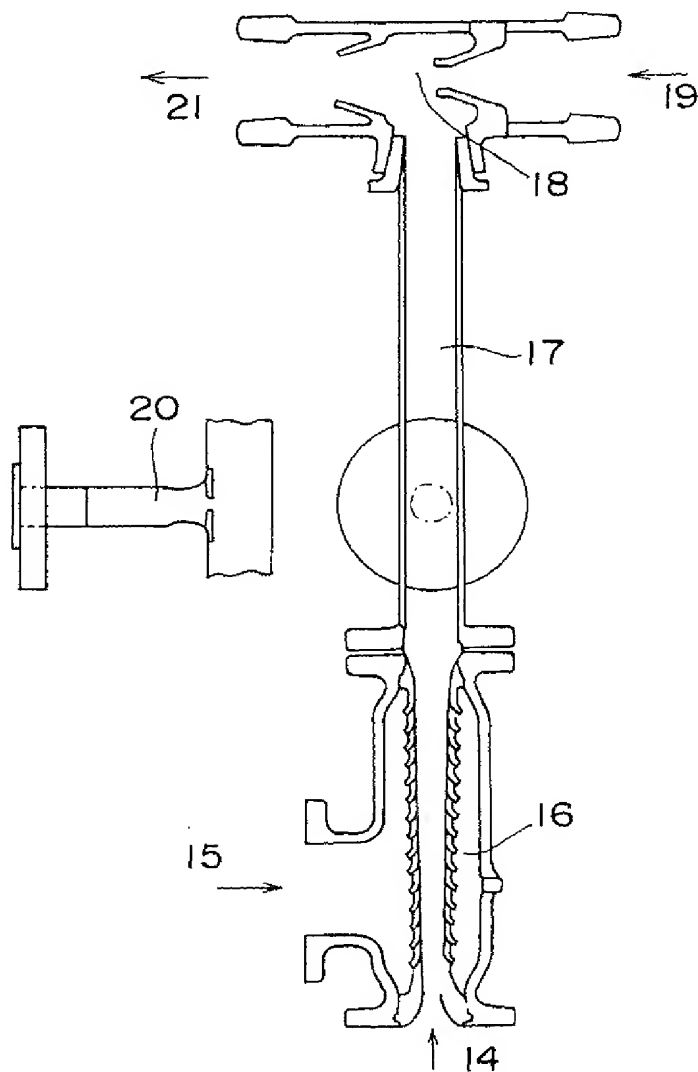
【図面の簡単な説明】

第1図は中空微粒子を製造するための装置の概要図；第2図は発泡機の構造を示す概要図である。

【第1図】



【第2図】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭59-173132 (J P, A)
特開 昭63-77948 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁶, D B名)

C08J 9/16 - 9/22

C08J 3/12

B01J 13/02